

Pengaruh Rasio Massa Kitin/NaOH dan Waktu Reaksi Terhadap Karakteristik Kitosan yang Disintesis dari Limbah Industri Udang Kering (Ahmad Fadli)



Homepage: <http://jusami.batan.go.id>

Jurnal Sains Materi Indonesia

Akreditasi LIPI
No.: 602/AU3/P2MI-LIPI/03/2015
Tanggal 15 April 2015
ISSN : 1411-1098

PENGARUH RASIO MASSA KITIN/NaOH DAN WAKTU REAKSI TERHADAP KARAKTERISTIK KITOSAN YANG DISINTESIS DARI LIMBAH INDUSTRI UDANG KERING

Ahmad Fadli¹, Drastinawati¹, Ongky Alexander¹ dan Feblil Huda²

¹*Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik - Universitas Riau*

Jl. HR. Subrantas Km 12,5 Panam, Pekanbaru 28293 Riau

²*Jurusan Teknik Mesin, Fakultas Teknik - Universitas Riau*

Jl. HR. Subrantas Km 12,5 Panam, Pekanbaru 28293 Riau

E-mail: fadliunri@yahoo.com

Diterima: 18 Oktober 2016

Diperbaiki: 21 Desember 2016

Disetujui: 5 Januari 2017

ABSTRAK

PENGARUH RASIO MASSA KITIN/NaOH DAN WAKTU REAKSI TERHADAP KARAKTERISTIK KITOSAN YANG DISINTESIS DARI LIMBAH INDUSTRI UDANG KERING.

Kitosan merupakan polimer yang dapat dibuat dari kitin menggunakan proses deasetilasi. Tujuan penelitian ini untuk mempelajari pengaruh rasio massa kitin dengan volume NaOH dan waktu reaksi terhadap karakteristik kitosan yang disintesis dari limbah industri udang kering. Kitin diisolasi dari cangkang udang dengan metode deproteinasi dan demineralisasi. Deasetilasi kitin dilakukan pada suhu 120 °C, kecepatan pengadukan 150 rpm, rasio massa kitin dengan volume NaOH 1:15, 1:20, 1:25 (w/v), dan waktu reaksi 0,5-3 jam. Hasil penelitian menunjukkan bahwa peningkatan nilai rasio massa kitin dengan volume NaOH terhadap waktu reaksi mengakibatkan peningkatan derajat deasetilasi dan penyusutan kadar abu dan rendemen kitosan, sedangkan kadar air tidak memiliki efek yang signifikan. Derajat deasetilasi kitosan adalah 85,7% pada rasio massa kitin dengan volume NaOH 1:15 selama 3 jam dan meningkat menjadi 86,1% setelah rasio massa kitin dengan volume NaOH ditingkatkan menjadi 1:25. Kadar rendemen berkisar antara 86,6 % hingga 63,5 %, kadar air kitosan berkisar antara 1,2 % hingga 1,0 %, dan kadar abu kitosan berkisar antara 1,9 % hingga 1,1 %.

Kata kunci: Deasetilasi, Demineralisasi, Deproteinasi, Kitin, Kitosan

ABSTRACT

EFFECT OF CHITIN MASS/NaOH RATIO AND REACTION TIME ON CHARACTERISTICS OF CHITOSAN SYNTHESIZED FROM WASTE OF DRIED SHRIMP INDUSTRY.

Chitosan is a polymer can be prepared from chitin using deacetylation process. The purpose of this research is to study the effect of ratio of chitin mass to NaOH volume and reaction time on characteristic of chitosan synthesized from waste of dried shrimp industry. Firstly, chitin was isolated from shrimp shell waste with deproteination and demineralization methods. Subsequently, chitin was transformed into chitosan by deacetylation process at 120°C, stirring rate of 150 rpm, ratio chitin mass to NaOH volume of 1:15, 1:20, 1:25 (w/v) and reaction time of 0.5 to 3 hours. This research result indicate that when ratio of chitin mass to NaOH volume increase, the degree of deacetylation of chitosan increased also but the amounts of ash and yield of chitosan decrease, whereas water content not appear significant effect. Degree of deacetylation of chitosan is 85,7% with ratio chitin mass to NaOH volume 1:15 during 3 hours, then it increase to 86,1% after ratio chitin mass to NaOH volume increased ratio to 1:25. Yield of chitosan is in the range 86.6% to 63.5%, water content is 1.2% to 1.0%, and amount of ash is 1.9% to 1.1%.

Keywords: Chitin, Chitosan, Deacetylation, Demineralization, Deproteination

PENDAHULUAN

Kitosan adalah poli-(2-amino-2-deoksi- β -(1-4)-D-glukopiranos) dihasilkan dari kitin melalui proses deasetilasi dengan menghilangkan gugus asetil ($\text{CH}_3\text{-CO}$) dengan atom hidrogen (H) atau mengubah gugus asetamida (-NHCOCH_3) pada kitin menjadi gugus amina (NH_2) [1,2]. Kitin terdiri dari rantai lurus gugus *acetylglucosamine*, merupakan polisakarida dengan ikatan β -glikosidik (1,4) [3,4].

Kitosan bersifat biokompatibel, biodegradabel, biofungsional, dan tidak toksik sehingga kitosan banyak digunakan di bidang kesehatan sebagai *growth factor*. Kitosan dapat diperoleh dari cangkang udang dan kepiting. Cangkang udang mengandung 24 % kitosan [5]. Sintesis kitosan telah dilakukan sebelumnya. Long (2013) mereaksikan cangkang udang dengan NaOH 12,5N (100 °C, 10 jam) dan diperoleh derajat deasetilasi 80,5 % [6].

Kitosan dengan derajat deasetilasi 81,2 % didapatkan oleh Hossain dengan membuat reaksi limbah udang dan NaOH 60 % (60 °C, 24 jam) [4]. Derajat deasetilasi yang diperoleh dari cangkang udang *Penaeus carinatus* dan *Penaeus monodon* dengan NaOH 50% (100 °C, 2 jam) adalah 89,4 % [7]. Kitosan dengan derajat deasetilasi 89,8 % telah diekstraksi dari udang laut *Fenneropenaeus indicu* dengan merendamnya di dalam NaOH 4 % diikuti dengan deasetilasi dengan NaOH 50 % (100 °C, 2 jam, 50 rpm) [8].

Ebi atau udang kering adalah produk olahan hasil perikanan dengan bahan baku udang segar melalui proses pengupasan kulit dan pengolahan dengan pengeringan. Jenis udang yang digunakan adalah udang api-api (*Metapenaeus monoceros*) dan udang krosok (*Metapenaeus lysianassa*).

Sementara itu, cangkang udang dari industri ebi merupakan limbah padat dalam jumlah berlimpah yang selama ini umumnya digunakan untuk pakan dan pupuk dengan harga yang murah [9].

Tujuan penelitian ini memanfaatkan cangkang udang (*Metapenaeus monoceros*) dan udang krosok (*Metapenaeus lysianassa*) dari limbah industri ebi sebagai bahan dasar pembuatan kitosan. Pengaruh rasio massa kitin/volume NaOH dan waktu reaksi dievaluasi terhadap karakteristik kitosan.

METODE PERCOBAAN

Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini, yaitu limbah cangkang udang yang diperoleh dari hasil samping pengolahan industri udang kering (ebi) dari desa Kuala Enok Kecamatan Indragiri Hilir-Riau, NaOH (Merck, Jerman), HCl (Merck, Jerman) dan *aquadest*.

Cara Kerja

Sintesis Kitin

Limbah ebi dicuci dengan akuades dan dikeringkan di dalam oven (105 °C), dihaluskan dan diayak menggunakan ayakan 50 mesh. Sintesis kitosan dilakukan menggunakan metode yang telah dilakukan sebelumnya [10]. Serbuk cangkang udang dicampur dengan larutan NaOH 3,5%. Rasio cangkang udang dan NaOH adalah 1:10 (berat/volume) pada suhu 65 °C selama 2 jam dan diaduk dengan kecepatan 150 rpm. Serbuk cangkang udang disaring dan dicuci dengan *aquadest* hingga pH netral, dikeringkan di dalam oven (100 °C, 4 jam).

Serbuk ini kemudian dihilangkan kadar mineralnya (demineralisasi) dengan mencampurkannya dengan HCl 1 N pada suhu 30 °C selama 1 jam dan pengadukan 150 rpm dengan rasio berat cangkang udang dengan volume larutan 01:15 (b/v) di dalam gelas kimia 500 mL. Penyaringan dilakukan untuk diambil residunya dan dicuci dengan akuades hingga pH netral. Endapan kitin yang dihasilkan kemudian dikeringkan di dalam oven pada suhu 100 °C selama 4 jam.

Sintesis Kitosan

Sebanyak 10 gram kitin dilarutkan dengan 200 mL NaOH 50 %. Rasio massa kitin dengan larutan NaOH adalah 01:15, 01:20 dan 01:25 (b/v) pada suhu 120 °C. Variasi waktu reaksi adalah 0,5; 1; 1,5; 2; 2,5 dan 3 jam dengan pengadukan konstan 150 rpm. Campuran hasil proses deasetilasi disaring, filtratnya dicuci dengan akuades hingga pH netral, dan dikeringkan dalam oven (100 °C, 4 jam).

Karakterisasi Kitosan

Gugus fungsi yang ada di dalam kitosan dianalisis menggunakan *FT-IR*. Rendemen dihitung berdasarkan Persamaan (1) sebagai berikut:

$$\text{Rendemen \%} = \frac{\text{massa kitosan kering (gram)}}{\text{massa kitin kering (gram)}} \times 100\% \quad \dots (1)$$

Cawan porselen dikeringkan di dalam oven (105 °C, 15 menit), disimpan di dalam desikator (± 15 menit), lalu ditimbang. Sebanyak 5 gram sampel dimasukkan ke dalam cawan, dipanaskan di dalam oven (105 °C, 30 menit, disimpan di dalam desikator (± 15 menit), lalu ditimbang hingga beratnya konstan. Kadar air dihitung dengan Persamaan (2) berikut :

$$\text{Kadar air \%} = \frac{(B1 - B2)}{B1} \times 100\% \quad \dots (2)$$

B1 dan B2 adalah berat sampel sebelum dan setelah dikeringkan.

Sebanyak 0,5 gram kitosan ke dalam cawan porselin yang telah diketahui bobotnya. Selanjutnya, kitosan tersebut dibakar dalam *furnace* bersuhu 600 °C sampai diperoleh abu berwarna putih. Setelah itu, cawan tersebut didinginkan dalam desikator dan ditimbang. Kadar abu dihitung dengan Persamaan (3) berikut:

$$\text{Kadar abu \%} = \frac{\text{berat abu (gram)}}{\text{berat kitosan awal (gram)}} \times 100\% \dots\dots (3)$$

Histogram yang diperoleh dari analisis *FT-IR* digunakan untuk menghitung derajat deasetilasi dari kitosan. Puncak tertinggi (P_0) dan puncak terendah (P) diukur dengan garis dasar yang dipilih. Nisbah absorbansi dihitung dengan rumus seperti Persamaan (4) [7]:

$$A = \log \frac{P_0}{P} \dots\dots\dots (4)$$

Dimana:

- A = Absorbansi
- PO = % transmitans pada garis dasar, dengan panjang gelombang 1.655cm⁻¹ atau 3.450 cm⁻¹
- P = % transmitans pada puncak minimum dengan panjang gelombang 1.655cm⁻¹ atau 3.450 cm⁻¹

Perbandingan absorbansi pada 1.655 cm⁻¹ dengan absorbansi 3.450 cm⁻¹ digandakan satu per standar N-deasetilasi kitosan (1,33). Dengan mengukur absorbansi pada puncak yang berhubungan, nilai persentase N-deasetilasi dapat dihitung dengan rumus Persamaan (5) [11]:

$$\% \text{ Derajat deasetilasi} = \left[1 - \left[\frac{A_{1.655}}{A_{3.450}} \times \frac{1}{1.33} \right] \right] \dots\dots\dots (5)$$

Dimana:

- A1.655 = Absorbansi pada bilangan gelombang 1.655 cm⁻¹
- A3.450 = Absorbansi pada bilangan gelombang 3.450 cm⁻¹
- 1,33 = Konstanta untuk derajat deasetilasi yang sempurna

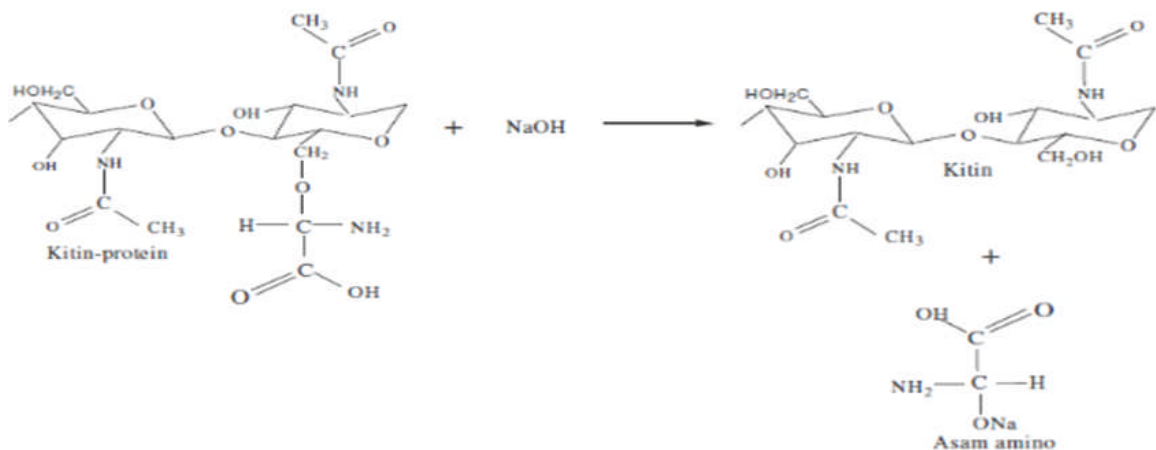
HASIL DAN PEMBAHASAN

Isolasi Kitin

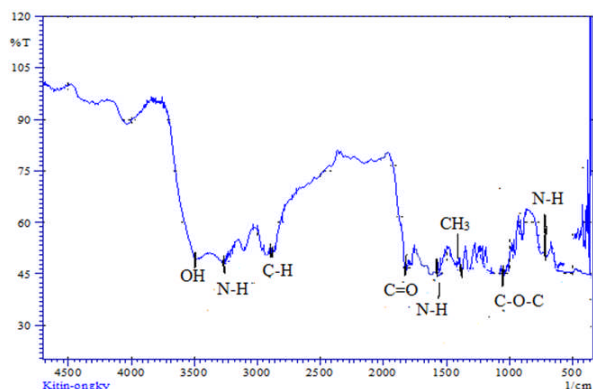
Isolasi kitin dari limbah udang bertujuan memisahkan kitin dari protein dan kalsium karbonat. Pada tahap deproteinasi, protein yang terkandung dalam limbah ebi akan larut dalam basa sehingga protein yang terikat secara kovalen pada gugus fungsi kitin akan terpisah. Perolehan rendemen limbah ebi hasil deproteinasi pada penelitian ini sebesar 61 %. Hal ini mengindikasikan bahwa kandungan protein dalam cangkang udang sudah terlepas dan bereaksi dengan NaOH membentuk asam amino dengan persamaan reaksi terlihat pada Gambar 1 [12]. Tahap deproteinasi menggunakan NaOH 3,5 % dengan tujuan untuk memisahkan ikatan-ikatan protein dari kitin. NaOH bisa digunakan dalam industri pada rentang konsentrasi 0,125 M hingga 5 M dan variasi suhu hingga mencapai 160 °C [13].

Selain mengandung kitin, limbah udang hasil proses deproteinasi juga mengandung mineral. Mineral utama pada cangkang udang adalah kalsium karbonat (CaCO₃) dan kalsium posfat (Ca₃(PO₄)₂). Mineral tersebut dapat dihilangkan dari matriks dengan menggunakan larutan HCl 1 N [10]. Nilai rendemen kitin menurun dari 61% (hasil deproteinasi) menjadi sebesar 16% setelah proses demineralisasi. Berkurangnya massa padatan kitin ini disebabkan kandungan mineral yang hilang pada cangkang udang selama proses demineralisasi juga berkurang.

Kitin yang diperoleh diidentifikasi menggunakan *FT-IR* (Gambar 2). Spektrum kitin menunjukkan serapan vibrasi gugus OH yang melebar, yaitu pada 3500 cm⁻¹, vibrasi ulur N-H pada 3255,02 cm⁻¹. Serapan pada 2890,45 cm⁻¹ merupakan uluran dari C-H. Vibrasi ulur untuk C=O pada 1680,01 cm⁻¹, vibrasi untuk bengkokan N-H muncul pada bilangan gelombang 1554,167 cm⁻¹. Serapan CH₃ pada 1416,667 cm⁻¹. Serapan 1072,42 cm⁻¹ menunjukkan adanya vibrasi C-O-C dalam cincin kitin dan pada 666,67 cm⁻¹ untuk serapan N-H kибasan. Adanya



Gambar 1. Reaksi deproteinasi secara kimiawi pada proses isolasi kitin [14].



Gambar 2. Analisis gugus fungsi kitin dengan FT-IR

spektrum vibrasi O-H, C-H, CH₃, C=O, C-O-C dan deformasi N-H menunjukkan spektrum kitin.

Analisis Gugus Fungsi Kitosan Menggunakan FT-IR

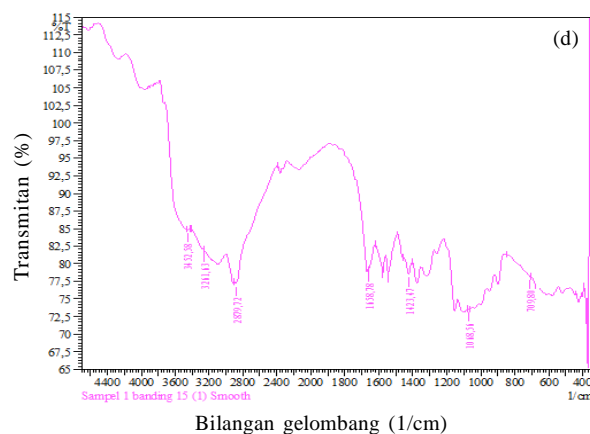
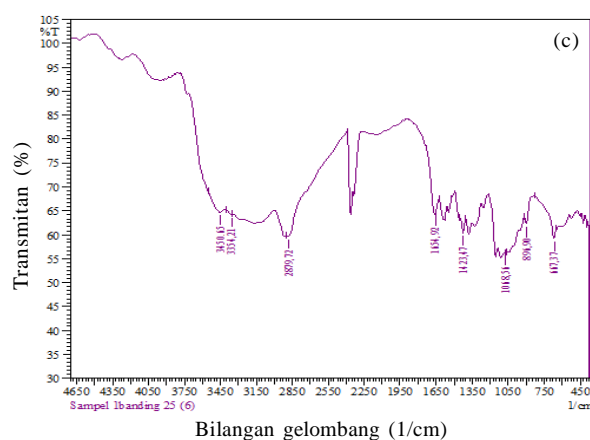
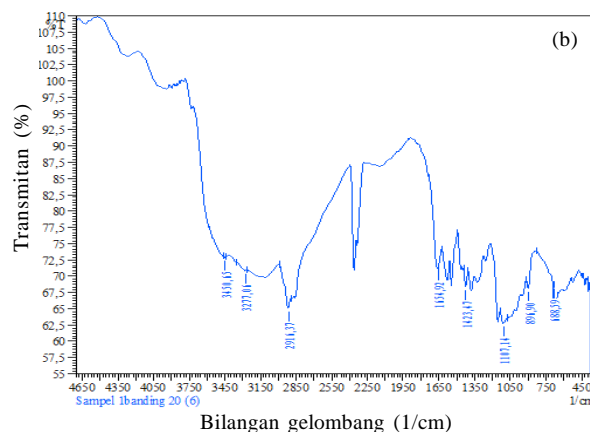
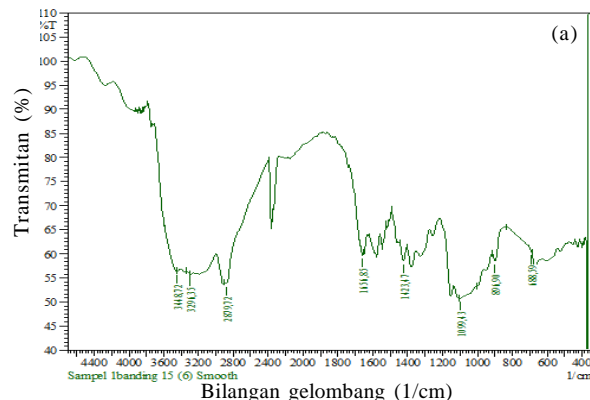
Gugus-gugus fungsi yang biasanya terkandung di dalam kitin dan kitosan tertera pada Tabel 1 [6, 7].

Tabel 1. Gugus fungsi yang terkandung dalam kitin dan kitosan

| Gugus fungsi | Bilangan Angka gelombang (cm ⁻¹) |
|--|--|
| OH | 3450,0 |
| N-H ulur | 3335,0 |
| C-H ulur | 2878 |
| NH ₂ guntingan, N-H bengkokan | 1661 |
| CH ₃ | 1418 |
| C-O-C | 1072,3 |
| NH ₂ kibasan dan pelintiran | 850-750 |
| N-H kibasan | 715,0 |

Gambar 3 (a) menunjukkan bahwa pada spektra kitosan pada rasio 01:15 dengan waktu reaksi 0,5 jam menunjukkan serapan vibrasi OH, yaitu pada 3450,58 cm⁻¹, dan vibrasi ulur N-H pada 3280,92 cm⁻¹. Serapan pada 2879,72 cm⁻¹ merupakan vibrasi ulur dari gugus C-H metilen. Vibrasi guntingan NH₂ dan N-H bengkokan muncul pada bilangan gelombang 1654,92 cm⁻¹. Serapan CH₃ pada 1423,47 cm⁻¹. Serapan 1072,42 cm⁻¹ pada kitosan cangkang udang menunjukkan vibrasi C-O-C. Vibrasi kibasan N-H muncul pada 896,90 cm⁻¹.

Spektrum-spektrum vibrasi kitosan yang diperoleh pada rasio 1:20 dengan waktu reaksi 0,5 jam ditunjukkan pada Gambar 3 (b). Serapan vibrasi OH, pada 3454,51 cm⁻¹, dan vibrasi ulur N-H pada 3284,77 cm⁻¹ sedangkan vibrasi pada 2879,72 cm⁻¹ merupakan vibrasi ulur dari gugus C-H metilen. 1064,71 cm⁻¹ pada kitosan cangkang udang menunjukkan vibrasi C-O-C. Vibrasi kibasan N-H muncul pada 896,90 cm⁻¹. Vibrasi guntingan NH₂ dan N-H bengkokan muncul pada bilangan gelombang 1656,85 cm⁻¹. Serapan CH₃ pada 1425,50 cm⁻¹.



Gambar 3. Analisis gugus fungsi kitosan rasio (a) 1:15, 0,5 jam (b) 1:20, 0,5 jam (c) 1:25, 0,5 jam dan (d) 1:15, 3 jam

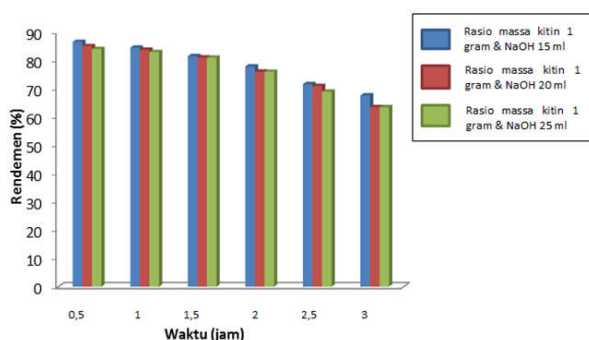
Gambar 3 (c) memperlihatkan spektra kitosan pada rasio 01:25 dengan waktu reaksi 0,5 jam. Serapan pada bilangan gelombang $3452,58\text{ cm}^{-1}$ sebagai vibrasi OH; $2879,72\text{ cm}^{-1}$ sebagai vibrasi ulur dari gugus C-H metilen dan vibrasi ulur N-H pada $3284,77\text{ cm}^{-1}$. Serapan pada angka gelombang $1656,85\text{ cm}^{-1}$ sebagai vibrasi guntingan NH_2 dan NH, bilangan gelombang $1111,00\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi C-O-C. Kemudian adanya serapan CH_3 pada $1423,47\text{ cm}^{-1}$. Vibrasi kibasan N-H muncul pada $896,90\text{ cm}^{-1}$.

Spektrum yang serupa dengan hasil dengan Gambar 3(a) hingga Gambar 3(c), juga dihasilkan dari kitosan yang dibuat dengan rasio 1:15 pada waktu reaksi 3 jam (Gambar 3(d)) menunjukkan serapan vibrasi OH, yaitu pada $3444,87\text{ cm}^{-1}$, vibrasi ulur N-H pada $3331,07\text{ cm}^{-1}$. Serapan lainnya adalah pada $2879,72\text{ cm}^{-1}$; $1653,00\text{ cm}^{-1}$; $1421,54\text{ cm}^{-1}$; $1107,14\text{ cm}^{-1}$; $1107,14\text{ cm}^{-1}$ dan $856,39\text{ cm}^{-1}$.

Perbedaan yang terjadi setelah tahap deasetilasi adalah tidak munculnya vibrasi gugus C=O ulur dari gugus amida ($-\text{NHCO}$) pada 1680 cm^{-1} , serta munculnya serapan pada $686,66\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan vibrasi dari gugus kibasan dan pelintiran NH_2 . Serapan lainnya adalah pada $2879,72\text{ cm}^{-1}$ merupakan vibrasi ulur dari gugus C-H metilen. Vibrasi guntingan NH_2 dan N-H bengkokan muncul pada bilangan gelombang $1653,00\text{ cm}^{-1}$ dan serapan CH_3 pada $1421,54\text{ cm}^{-1}$. Adanya serapan pada $1107,14\text{ cm}^{-1}$ pada kitosan cangkang udang menunjukkan vibrasi C-O-C. Vibrasi kibasan N-H muncul pada $856,39\text{ cm}^{-1}$.

Pengaruh Waktu Reaksi dan Rasio Massa Kitin dengan Volume NaOH terhadap Rendemen

Rendemen kitosan adalah kitosan yang dihasilkan dari proses deasetilasi terhadap kitin yang dihasilkan. Gambar 4 memperlihatkan rendemen kitosan yang dihasilkan pada waktu reaksi 0,5 jam hingga 3 jam dan variasi massa kitin dan volume NaOH 1:15 hingga 1:25. Makin bertambah volume NaOH dan waktu reaksi, rendemen yang diperoleh makin kecil. Menurunnya rendemen ini disebabkan oleh lepasnya gugus asetil



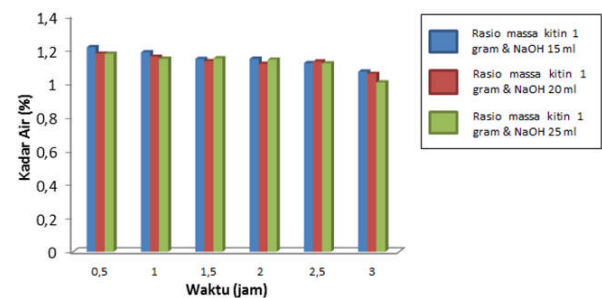
Gambar 4. Rendemen kitosan pada variasi waktu dan rasio massa kitin dan volume NaOH.

yang terdapat di dalam kitin. Jumlah pelarut yang lebih banyak menyebabkan luas kontak antara pelarut dengan padatan pada saat proses, sehingga gugus asetil ($-\text{COCH}_3$) terlepas dari kitin. Selain itu lama reaksi menyebabkan molekul NaOH yang teradisi ke molekul kitin makin banyak sehingga menurunkan rendemen produk kitosan. Rendahnya rendemen kitosan meningkatkan kemurnian kitosan karena gugus asetil yang terlepas dari kitin makin banyak.

Rendemen kitosan 86,6% terbesar terdapat pada rasio 1:15 (b/v) dengan waktu reaksi 0,5 jam. Rendemen terkecil 63,5% terdapat rasio 1:25 (b/v) dengan waktu reaksi 3 jam.

Kadar Air Kitosan

Kadar air merupakan salah satu parameter penting mutu kitosan. Kadar air yang rendah dapat menekan atau mengurangi kerusakan pada kitosan, misalnya terhindar dari adanya aktivitas mikroorganisme. Nilai rata-rata kadar air kitosan yang diperoleh pada penelitian ini berkisar antara 1,21-1 % (Gambar 5). Nilai kadar ini sudah memenuhi standar mutu kitosan yaitu $\geq 10\%$.



Gambar 5. Analisis kadar air dalam kitosan

Dari analisis kadar air kitosan ditunjukkan bahwa variasi waktu reaksi dan rasio massa kitin dengan volume NaOH pada proses deasetilasi tidak memiliki pengaruh yang signifikan. Umumnya, kitosan yang baik memiliki kadar air kurang dari 6 % [12]. Penelitian yang dilakukan oleh Ahing dan Wid (2016) menunjukkan kadar air yang diperoleh lebih tinggi yaitu 7,2 %. Hal ini disebabkan oleh perbedaan metode pengeringan yang digunakan.

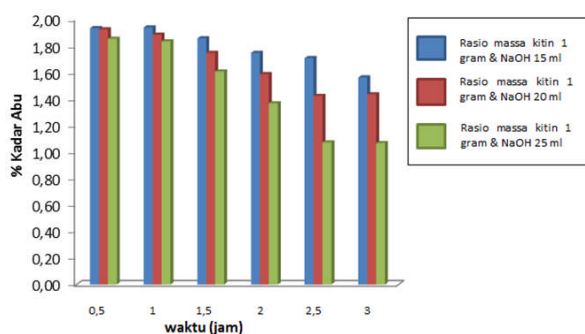
Kadar Abu Kitosan

Hasil analisis kadar abu limbah ebi dan kitin dapat dilihat pada Tabel 2. Tingginya kadar abu pada limbah ebi (28,5 %) disebabkan oleh masih banyaknya kandungan mineral-mineral dalam limbah tersebut. Setelah mengalami proses demineralisasi, kandungan mineral berkurang sehingga dengan kadar abu kitin lebih kecil yaitu $\geq 2,1\%$.

Nilai rata-rata kadar abu kitosan yang diperoleh pada penelitian ini antara 1,9-1,1 % (Gambar 6). Hal ini disebabkan oleh berkurangnya mineral yang bereaksi dengan NaOH pada proses demineralisasi.

Tabel 2. Hasil analisis kadar abu kitin dan cangkang udang

| Bahan | Kadar abu(%) |
|------------|--------------|
| Limbah ebi | 28,4 |
| Kitin | 2,1 |

**Gambar 6.** Analisis abu dalam kitosan

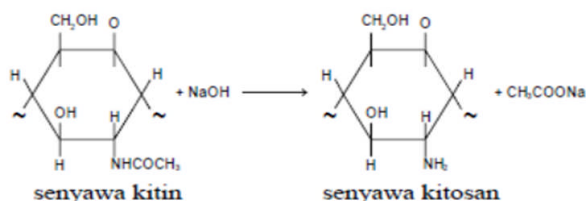
Nilai kadar kitosan ini sudah memenuhi standar mutu yaitu $\geq 2\%$.

Kadar abu kitosan tertinggi yaitu 1,9 % diperoleh pada rasio 1:15 (b/v) dengan waktu reaksi 0,5 jam. Kadar abu terkecil yaitu 1,1% diperoleh pada rasio 1:25 (b/v) dengan waktu reaksi 3 jam. Mungkin besar rasio volume larutan NaOH dan lamanya waktu reaksi, makin kecil kadar abu kitosan yang dihasilkan. Makin besarnya volume NaOH yang digunakan pada proses deasetilasi, makin banyak gugus asetil pada kitin yang tereduksi dan mampu mengurangi sisa-sisa mineral yang terikat pada polimer, walaupun sudah dilakukan penghilangan mineral pada proses demineralisasi

Derajat Deasetilasi Kitosan

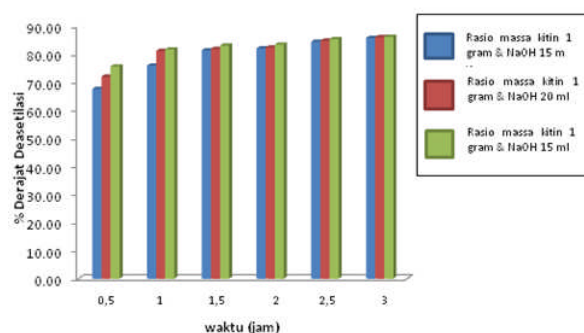
Derajat deasetilasi menunjukkan persentase gugus asetil yang hilang dari kitin sehingga dihasilkan kitosan [7]. Derajat deasetilasi merupakan salah satu parameter mutu kitosan. Gugus asetil pada kitosan dapat menurunkan efektivitas kitosan. Kitosan merupakan kitin dengan derajat deasetilasi lebih dari 70 %. [14]

Deasetilasi adalah proses pengubahan gugus asetil ($-\text{NHCOCH}_3$) dari rantai molekular kitin menjadi gugus amina lengkap ($-\text{NH}_2$) yang dilakukan dengan penambahan NaOH konsentrasi tinggi. Reaksi deasetilasi kitin pada dasarnya adalah suatu reaksi hidrolisis amida dari α -(1-4)-2-asetamida-2-deoksi-D-glukosa. Kemampuan fungsional kitosan utamanya

**Gambar 7.** Reaksi deasetilasi pada proses pembuatan kitosan [14].

bergantung pada derajat kimia reaktif yang tinggi gugus aminonya. Reaksi deasetilasi proses pembentukan kitosan dapat dilihat pada Gambar 7. Reaksi yang terjadi merupakan reaksi adisi, yaitu reaksi masuknya gugus (OH^-) kedalam gugus didalam kitin sehingga menyebabkan lepasnya gugus asetil dengan menghasilkan produk natrium asetat dan kitosan sebagai produk utama [14].

Hasil analisis derajat deasetilasi kitosan dapat dilihat pada Gambar 8. Derajat deasetilasi tertinggi dihasilkan pada perlakuan waktu reaksi deasetilasi 3 jam yaitu 86,1 % pada rasio 1:25 (b/v). Sedangkan derajat deasetilasi terendah terdapat pada perlakuan waktu reaksi 0,5 jam yaitu 67,2 % pada rasio 1:15.

**Gambar 8.** Hasil analisis derajat deasetilasi kitosan

Patria (2013) mereaksikan NaOH 50 % dengan kulit udang pada suhu 90 °C dan mendapatkan derajat deasetilasi 84,9%. Selain itu diperoleh bahwa makin lama waktu dan makin tinggi suhu pemanasan derajat deasetilasinya makin tinggi pula [15]

Kenaikan waktu reaksi mempengaruhi banyaknya molekul NaOH yang teradisi kitin dan menyebabkan gugus asetil yang terlepas pun makin banyak. Faktor pendorong terjadinya peningkatan derajat deasetilasi kitosan disebabkan oleh pengurangan gugus asetamida sehingga meningkatkan proses hidrolisis. Semakin kuat basa yang digunakan maka semakin tinggi gugus asetamida yang terbuang.

Derajat deasetilasi tertinggi dihasilkan pada perlakuan waktu reaksi deasetilasi 3 jam yaitu 86,1 % pada rasio 1:25 (b/v). Sedangkan derajat deasetilasi terendah terdapat pada perlakuan waktu reaksi 0,5 jam yaitu 67,2 % pada rasio 1:15. Ketika volume larutan NaOH dinaikkan maka semakin besar derajat deasetilasi kitosan yang dihasilkan.

KESIMPULAN

Karakteristik kitosan yang disintesis menggunakan proses deasetilasi dipengaruhi oleh rasio massa kitin/NaOH dan waktu reaksi. Derajat deasetilasi kitosan tertinggi 86,1% diperoleh pada rasio massa kitin/NaOH 1:25 (b/v) dan waktu reaksi 3 jam. Terjadi penurunan rendemen kitosan dari 86,6% menjadi 63,5% ketika rasio massa kitin/NaOH dan waktu reaksi diubah

dari 1:15 (0,5 jam) menjadi 1:25 (3 jam). Kitosan dengan rasio massa kitin/NaOH 1:25 memiliki kadar abu 1,6 %, sedangkan pada rasio 1:15 kadar abu naik menjadi 1,9 %. Kadar air kitosan tidak dipengaruhi secara signifikan oleh rasio massa kitin/NaOH dan waktu reaksi.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Kemenristekdikti atas pembiayaan penelitian ini melalui Skim Strategis Nasional tahun 2017.

DAFTAR ACUAN

- [1]. K. Suneeta, P. Rath and A.S.H Kumar. "Chitosan from Shrimp Shell (Crangon crangon) and Fish scales (Labeorohita): Extraction and Characterization." *African Journal of Biotechnology*, vol 15, pp. 1258-1268, 2016.
- [2]. S.L. Ihsani dan C.R. Widyastuti. "Sintesis Biokoagulan Berbasis Kitosan dari Kulit Udang Untuk Pengolahan Air Sungai Yang Tercemar Limbah Industri Jamu dengan Kandungan Padatan Tersuspensi Tinggi." *Jurnal Bahan Alam Terbarukan*, vol 4, pp 66-70, 2015.
- [3]. A. Purwanti. "Evaluasi Proses Pengolahan Limbah Kulit Udang Untuk Meningkatkan Mutu Kitosan yang Dihasilkan." *Jurnal Teknologi*, vol. 7, pp. 83-90, Juni 2014.
- [4]. M.S Hossain and A. Iqbal. "Production and Characterization of Chitosan from Shrimp Waste." *Journal of the Bangladesh Agricultural University*, vol. 12, pp. 153-160, 2014.
- [5]. M. S. Benhabiles, R. Salah, H. Lounici, N. Drouiche, M. F. A. Goosen and N. Mameri. "Antibacterial Activity of Chitin, Chitosan, and Its Oligomers Prepared from Shrimp Shell Waste." *Food Hydrocolloids*, vol. 29, pp. 48-56, 2012.
- [6]. J. H. W. S. Long. "Synthesis and Characterisation of Chitosan from Shrimp Shells." B.E. Thesis. Universiti Tunku Abdul Rahman, Malaysia, 2013.
- [7]. Y.S. Puvvada, S. Vankayalapati and S. Sukhavasi. "Extraction of chitin from chitosan from exoskeleton of shrimp for application in the pharmaceutical industry." *International Current Pharmaceutical Journal*, vol. 1(9), pp. 258-263, 2012.
- [8]. S. Paul, A. Jayan, C.H. Sasikumar and S.M Cherian. "Extraction and Purification of Chitosan from Chitin Isolated from Sea Prawn (Fenneropenaeus indicus)." *Asian Journal of Pharmaceutical and Clinical Research*, vol. 7, pp. 201-204, 2012.
- [9]. P. Nasution, S. Sumiati dan I.W. Wardana. "Studi Penurunan TSS, Turbidity dan COD dengan Menggunakan Kitosan dari Limbah Cangkang Keong Sawah (Pila ampullaceal) Sebagai Biokoagulan Dalam Pengolahan Limbah Cair PT. Sido Muncul, Tbk Semarang." *Jurnal Teknik Lingkungan*, vol. 4, pp. 1-9, 2015.
- [10]. Drastinawati. "Pemanfaatan Khitin dan Khitosan dari Kulit Udang Sebagai Material Penyerap Ion Kadmium, Tembaga dan Timbal." Magister Tesis, Universitas Andalas, Indonesia, 2002.
- [11]. P. Sugita, T. Wukirsari, A. Sjahriza dan D. Wahyono. *Kitosan Sumber Biomaterial Masa Depan*. Bogor: IPB Press, 2009.
- [12]. F. A. Ahing and N. Wid. "Extraction and Characterization of Chitosan from Shrimp Shell Waste in Sabah." *Transactions on Science and Technology*, vol. 3, pp. 227-237, 2016.
- [13]. I. Younes and M. Rianudo. "Chitin and Chitosan Preparation from Marine Sources." *Structure, Properties and Applications*. Marine Drugs, vol. 13, pp. 1133-1174, 2015.
- [14]. M. Riswan. "Pembuatan Kitosan Dari Limbah Cangkang Bekicot dengan Variasi NaOH Pada Tahap Deasetilasi." Laporan Akhir Diploma III, Politeknik Sriwijaya, Indonesia, 2014.
- [15]. A. Patria. "Production and Characterization of Chitosan from Shrimp Shells Waste." *Aquaculture, Aquarium, Conservation & Legislation-International Journal of the Bioflux Society*, vol. 6, pp. 339-344, 2013.